

PENYEDIAAN KACA AEROSILIKA DARIPADA SEKAM PADI

ROZIEYATI BT. ABDULLAH

**Tesis ini dikemukakan
sebagai memenuhi syarat penganugerahan
Ijazah Sarjana Sains (Kimia)**

**Fakulti Sains
Universiti Teknologi Malaysia**

Mac 2004

Segala puji hanya bagi Allah S.W.T. Selawat dan salam buat junjungan besar Nabi Muhammad S.A.W. serta para pejuang Islam yang istiqomah dalam menegakkan kebenaran di muka bumi ini.

Buat ibu tersayang,

Andai adanya pahala dalam menjalankan projek ini, inginku hadiahkan kepadamu. Semoga rohmu dicucuri rahmat dan digolongkan dalam golongan orang-orang yang beriman....

Buat bapa tercinta,

Terima kasih diatas segala pengorbanan dan keprihatinanmu.

Buat keluarga yang dikasihi,

Sokongan dan dorongan yang dicurahkan selama ini takkan kusia-siakan....

Buat anak-anak saudaraku,

Kehadiranmu menceriakan suasana....

PENGHARGAAN

Alhamdulillah, bersyukur saya ke hadrat Ilahi kerana dengan keizininannya, saya berupaya menyiapkan projek sarjana ini. Dengan kesempatan ini, saya ingin mengucapkan setinggi-tinggi penghargaan dan terima kasih kepada penyelia projek, Prof. Dr. Halimaton Hamdan di atas segala tunjuk ajar dan bimbingan yang diberikan.

Ucapan terima kasih juga kepada Dr. Hadi Nur dan kumpulan zeolit dan bahan berliang (ZPMG) serta para pensyarah dan staf Jabatan Kimia, Fakulti Sains di atas sokongan yang diberikan.

Sekalung penghargaan kepada Prof. Dr. Rahim Sahar, Encik Jaafar Sarji, Pak Agus, Encik Zuhairi dan staf Jabatan Fizik Fakulti Sains di atas idea dan bantuan yang dihulurkan.

Penghargaan juga ditujukan kepada semua yang terlibat sama ada secara langsung dan tidak langsung dalam menjayakan projek ini.

ABSTRAK

Tujuan utama kajian ini adalah untuk menyediakan kaca aerosilika daripada silika aerogel yang disintesis daripada sekam padi. Kajian ini dilakukan untuk menghasilkan kaca aerosilika yang mempunyai kekonduksian terma yang rendah agar sampel kaca dapat bertindak sebagai penebat haba. Sampel kaca aerosilika disediakan secara pencampuran aerogel, SiO_2 dengan natrium karbonat, Na_2CO_3 pada komposisi aerogel di antara 5 % -55 % mol. Penghasilan sampel kaca $(\text{SiO}_2)_x(\text{Na}_2\text{O})_{1-x}$ menggunakan kaedah pelindapan leburan cecair pada suhu leburan 1100 °C bagi kaca aerosilika dan 1400 °C bagi kaca silika piawai. Kajian mendapati kaca aerosilika merupakan pepejal amorfus dan mempamerkan ciri-ciri yang lebih baik daripada kaca silika piawai terutamanya pada komposisi aerogel 20 % mol dengan ketumpatan 2.39 g cm^{-3} , kekonduksian terma $1.35 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ dan kekerasan mikro Vickers 412 Hv. Berdasarkan spektrum inframerah, fenomena ini dapat dikaitkan dengan struktur ikatan Si-O-Si. Mikrograf SEM menunjukkan kekonduksian terma bagi sampel kaca aerosilika adalah lebih rendah disebabkan oleh proses pembuihan yang berlaku yang mana ia membentuk liang-liang baru bersaiz $8 \mu\text{m}$ hingga $89 \mu\text{m}$. MAS-RMN ^{29}Si mendapati lebih banyak oksigen yang berikatan dengan silika dalam sampel kaca aerosilika iaitu spesies Q^2 , Q^3 dan Q^4 . Analisis terma pembeza menunjukkan kaca aerosilika dapat dihasilkan pada suhu yang lebih rendah iaitu dalam julat 818-828 °C dan stabil terhadap agen-agen kakisan. Analisis UV-VIS-NIR mendapati penyerapan sampel kaca dalam cahaya nampak mempengaruhi kekonduksian terma sampel.

ABSTRACT

The aim of this study is to prepare aerosilica glass from silica aerogel synthesized from rice husk. The study was carried out in order to produce a low thermal conductivity aerosilica glass that can be used as thermal insulator. Aerosilica glasses of nominal composition 5 %-55 % mol of aerogel were prepared using a mixture of aerogel, SiO_2 with sodium carbonate, Na_2CO_3 . The glass samples of $(\text{SiO}_2)_x(\text{Na}_2\text{O})_{1-x}$ were produced using liquid melt quenching method at the melting temperature about 1100 °C for aerosilica glass and 1400 °C for conventional sodium silicate glass. The study shows aerosilica glass is amorphous and exhibits better properties compared to conventional sodium silicate glass with an optimum composition of 20 % mol aerogel with density 2.39 g cm^{-3} , thermal conductivity value of $1.35 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ and Vickers micro hardness value of 412 Hv. According to the infrared spectrum, this phenomena can be related to the structure of Si-O-Si bonds. The presence of foams by SEM micrograph contributes to the low thermal conductivity of aerosilica glass due to the formation of a new closed pores of 8 μm to 89 μm insize. The MAS-NMR ^{29}Si spectra indicate a larger number of bridging oxygen with Si atom in aerosilica glass as present Q^2 , Q^3 and Q^4 spesies. The differential thermal analyzer shows aerosilica glass can be obtained at a lower temperature range of 818-828 °C which is stable against corrosive agents. UV-VIS-NIR analysis shows the samples absorbance in UV light range is related to thermal conductivity.

KANDUNGAN

BAB	KANDUNGAN	MUKA SURAT
	JUDUL	i
	PENGAKUAN	ii
	DEDIKASI	iii
	PENGHARGAAN	iv
	ABSTRAK	v
	ABSTRACT	vi
	KANDUNGAN	vii
	SENARAI JADUAL	xi
	SENARAI RAJAH	xiii
	ISTILAH DAN SINGKATAN	xvi
	SENARAI LAMPIRAN	xvii

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Pengenalan	1
1.2	Aerogel	2
1.3	Aerogel Silika	3
1.4	Aerogel Silika Daripada Sekam Padi	5

1.5	Kegunaan Aerogel Silika	6
1.5.1	Penebat Haba	6
1.5.2	Sifat Optik	6
1.5.3	Angkasa Lepas	6
1.5.4	Keliangan dan Luas Permukaan	7
1.6	Permasalahan Dalam Kajian	7
1.7	Objektif Kajian	8
1.8	Skop Kajian	9

BAB II KAJIAN LITERATUR

2.1	Kimia Aerogel	10
2.1.1	Kimia Sol Gel	10
2.2	Ciri-Ciri Aerogel Silika	17
2.3	Kaca	17
2.3.1	Kaca Silika	19
2.4	Kaca Silika Daripada Aerogel Silika	21
2.5	Kaca Aerosilika	23
2.6	Sistem Penebat Haba	23
2.7	Teknik Pelindapan Leburan	25

BAB III METODOLOGI PENYELIDIKAN

3.1	Pengenalan	26
3.2	Penyediaan Sampel Aerogel Silika	26
3.2.1	Pengeringan Lampau Genting Suhu Tinggi	28
3.3	Penyediaan Kaca Aerosilika dan Kaca Silika Piawai	29
3.4	Pencirian Kaca Aerosilika	31
3.4.1	Pembelauan Sinar-X (XRD)	31

3.4.1.1	Konsep	31
3.4.1.2	Kaedah	32
3.4.2	Ujian Ketumpatan	32
3.4.2.1	Konsep	32
3.4.2.2	Kaedah	33
3.4.3	Spektroskopi Inframerah (IR)	33
3.4.3.1	Konsep	33
3.4.3.2	Kaedah	33
3.4.4	Kekonduksian Terma	34
3.4.4.1	Konsep	34
3.4.4.2	Kaedah	35
3.4.5	Kekerasan Mikro Vickers	37
3.4.5.1	Konsep	37
3.4.5.2	Kaedah	38
3.4.6	Mikroskopi Imbasan Elektron (SEM)	38
3.4.6.1	Konsep	38
3.4.6.2	Kaedah	39
3.4.7	Analisis Pembeza Terma (DTA)	39
3.4.7.1	Konsep	39
3.4.7.2	Kaedah	40
3.4.8	Spektrofotometri Imbasan UV-VIS-NIR	41
3.4.8.1	Konsep	41
3.4.8.2	Kaedah	42
3.4.9	Spektroskopi Resonans Magnetik Nukleus (RMN)	42
3.4.9.1	Konsep	42
3.4.9.2	Kaedah	44

BAB IV HASIL DAN PERBINCANGAN

4.1	Penghasilan kaca aerosilika	45
4.2	Pencirian Sampel	47
4.2.1	Pembelauan Sinar-X (XRD)	47
4.2.2	Ketumpatan	48
4.2.3	Spektroskopi Inframerah (IR)	50
4.2.4	Kekonduksian Terma	56
4.2.5	Kekerasan Mikro Vickers	59
4.2.6	Mikroskopi Imbasan Elektron (SEM)	61
4.2.7	Analisis Pembeza Terma (DTA)	64
4.2.8	Spektrofotometri Imbasan UV-VIS-NIR	69
4.2.9	Spektroskopi Resonans Magnetik Nukleus (RMN)	73

BAB V KESIMPULAN

5.1	Kesimpulan	77
5.2	Cadangan	78

RUJUKAN	79
----------------	----

LAMPIRAN

Lampiran 1	84
------------	----

SENARAI JADUAL

NO. JADUAL	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	Beberapa bahan pembentuk kaca dan suhu leburnya	18
3.1	Komposisi oksida dalam penyediaan kaca aerosilika SiO_2 . Na_2O	29
4.1	Komposisi oksida dalam penyediaan kaca aerosilika SiO_2 . Na_2O	46
4.2	Ketumpatan kaca silika piawai dan kaca aerosilika pada komposisi yang berbeza	49
4.3	Jalur kehantaran bagi kaca aerosilika dan kaca silika piawai berserta kumpulan berfungsinya	50
4.4	Nombor gelombang dan panjang gelombang bagi getaran antisimetrik oksigen berikatan Si-O-Si pada komposisi yang berbeza	53
4.5	Ketumpatan dan panjang gelombang ikatan Si-O-Si bagi kaca aerosilika pada komposisi yang berbeza	54
4.6	Kekonduksian terma bagi kaca silika piawai dan kaca aerosilika pada komposisi yang berbeza	56
4.7	Kekerasan mikro Vickers bagi kaca silika piawai dan kaca aerosilika pada pelbagai komposisi	59

4.8	Parameter terma dan kestabilan terma (T_c-T_g) sampel	66
4.9	(a) Peratus kehantaran pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca aerosilika	71
4.9	(b) Peratus kepantulan pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca aerosilika	71
4.9	(c) Peratus keserapan pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca aerosilika	71
4.10	(a) Peratus kehantaran pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca silika piawai	71
4.10	(b) Peratus kepantulan pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca silika piawai	71
4.10	(c) Peratus keserapan pada panjang gelombang tertentu bagi sampel kaca silika piawai	72
4.11	Nilai kekonduksian terma dan keserapan sampel	72
4.12	Anjakan kimia dan kandungan spesies Q^n bagi sampel kaca aerosilika dan kaca silika piawai.	73
5.1	Perbandingan sifat fizik kaca aerosilika dengan kaca silika piawai	77

SENARAI RAJAH

NO. RAJAH	TAJUK	MUKA SURAT
1.1	Skema penghasilan aerogel daripada gel koloid	2
1.2	Skema penghasilan aerogel berdasarkan Kaedah Kistler	4
1.3	Skema penghasilan aerogel daripada silikon alkoksida	4
1.4	Struktur hidrofobik aerogel silika	5
2.1	Kondensasi yang menyebabkan pembentukan (a) pempolimeran monomer membentuk partikel, (b) pertumbuhan partikel, dan (c) pembentukan ikatan di antara partikel.	11
2.2	Perbezaan antara xerogel dan aerogel	13
2.3	Gambarajah struktur (a) berkala hablur dan (b) tak berkala pada kaca	19
2.4	Perubahan struktur rangkaian oleh oksida pengubahsuai	20
2.5	Struktur kaca $\text{SiO}_2 - \text{Na}_2\text{O}$	21
2.6	Skema proses penghasilan kaca aerosilika daripada silika aerogel	23
3.1	Skema penyediaan aerogel daripada sekam padi	27
3.2	Gambarajah skema peralatan pengeringan lampau genting	28
3.3	Carta alir penyediaan sampel kaca aerosilika dengan menggunakan kaedah pelindapan leburan cecair	30
3.4	Peralatan Lees' Disc	36

3.5	Litar elektrik kekonduksian terma	36
3.6	Penakuk piramid bagi ujian kekerasan Vickers	38
3.7	Kehantaran sinaran melalui sampel	42
3.8	Unit asas tetrahedron SiO_4^{4-}	43
3.9	Struktur spesies tetrahedron silika Q^0 , Q^1 , Q^2 , Q^3 dan Q^4	43
3.10	Julat anjakan kimia ^{29}Si bagi struktur unit yang berbeza	44
4.1	Kaca aerosilika yang dihasilkan	45
4.2	Difraktogram pembelauan sinar-x bagi kaca aerosilika dan kaca silika piawai.	48
4.3	Graf ketumpatan melawan komposisi aerogel (% mol) bagi kaca aerosilika	49
4.4	Spektrum infra-merah bagi sampel kaca, (a) S50N50, (b) A5N95, (c) A10N90, (d) A20N80, (e) A35N65, (f) A55N45	51
4.5	Skema tindak balas pemecahan ikatan Si-O-Si	52
4.6	Graf panjang gelombang ikatan Si-O-Si terhadap komposisi aerogel bagi kaca aerosilika	53
4.7	Graf panjang gelombang ikatan Si-O-Si dan ketumpatan terhadap komposisi aerogel bagi kaca aerosilika	55
4.8	Graf kekonduksian terma terhadap komposisi aerogel bagi kaca aerosilika	57
4.9	Graf kekonduksian terma terhadap ketumpatan bagi kaca aerosilika	58
4.10	Graf kekerasan mikro terhadap komposisi aerogel bagi kaca aerosilika	60
4.11	Graf kekerasan mikro terhadap ketumpatan bagi kaca aerosilika	61
4.12	SEM mikrograf sampel kaca aerosilika	62
4.13	SEM mikrograf sampel kaca silika piawai	62

4.14	SEM mikrograf bagi sampel kaca aerosilika dengan pelbagai komposisi aerogel	63
4.15	Termogram DTA bagi sampel kaca, (a) S50N50, (b) A5N95, (c) A10N90, (d) A20N80, (e) A35N65, (f) A55N45	65
4.16	Graf suhu lebur, T_m lawan komposisi aerogel bagi kaca aerosilika	67
4.17	Graf T_c dan T_c-T_g terhadap komposisi aerogel bagi sampel kaca aerosilika	68
4.18	Spektrum kehantaran, kepantulan dan serapan (a) kaca aerosilika, dan (b) kaca silika piawai	70
4.19	Spektrum ^{29}Si MAS-RMN bagi sampel (a) kaca aerosilika dan (b) kaca silika piawai	74
4.20	Jenis ikatan Si-O dalam struktur kaca aerosilika	75

ISTILAH DAN SINGKATAN

DTA	-	Penganalisis pembeza terma
IR	-	Inframerah
MAS	-	Penspinan sudut ajaib
P_c	-	Tekanan kritikal
RMN	-	Resonan magnetik nucleus
SEM	-	Spektroskopi imbasan elektron
T_c	-	Suhu penghabluran
TEOS	-	Tetraetilorthosilikat
T_g	-	Suhu kaca
T_m	-	Suhu peleburan
TMOS	-	Tetrametilorthosilikat
TRR	-	Teori rangkaian rawak
V_c	-	Isipadu kritikal
XRD	-	Pembelauan sinar-X
psd	-	Taburan awal saiz liang

SENARAI LAMPIRAN

LAMPIRAN	TAJUK	MUKA SURAT
1	Pengiraan ketumpatan sampel kaca aerosilika dan kaca silika piawai.	84

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Pengenalan

Aerogel yang pertama telah dihasilkan pada tahun 1931. Pada masa tersebut, Steven. S. Kistler mengesahkan bahawa “gel” merupakan pepejal yang mempunyai jaringan yang bertaut silang dalam saiz dan bentuk yang sama sebagai gel basah (Kistler, 1931). Fasa cecair disingkirkan daripada gel basah tanpa merosakkan komponen pepejal tersebut dan meninggalkan satu bahan pepejal yang mempunyai bentuk dan isipadu yang sama dengan gel asal (Kistler, 1932). Cecair yang dikeluarkan diganti dengan gas atau udara yang sesuai tanpa merosakkan bahagian pepejalnya melalui proses pengeringan lampau genting (Kistler, 1931). Ini menunjukkan aerogel telah ditemui lebih daripada 60 tahun yang lalu. Sejak itu para penyelidik mula mengkaji kegunaan-kegunaan aerogel yang berpotensi untuk dimajukan (Lawrence, 1998).

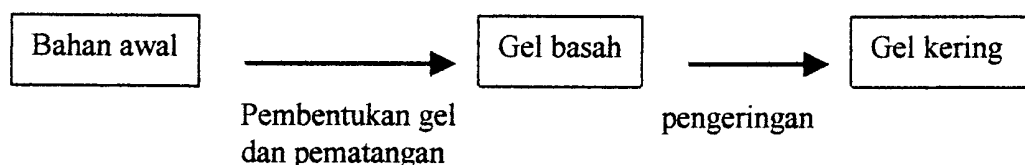
Sifat aerogel yang mempunyai keliangan yang tinggi dan ketumpatan yang rendah menyebabkannya mempunyai nilai kekonduksian terma yang rendah iaitu $0.02 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Daripada segi sifat terma, aerogel boleh digunakan sebagai penebat haba (Schmidt dan Schwertfeger, 1998). Ruang-ruang udara yang banyak di dalam aerogel dapat bertindak memerangkap haba dan menentang pengaliran udara atau gas yang menyebabkan hanya sedikit haba dipindahkan secara perolakan daripada satu bahagian ke bahagian yang lain. Laluan untuk haba mengalir melalui pepejal akan menjadi lama dan secara tidak langsung ia akan mengurangkan jumlah pengaliran

haba yang dipindahkan. Dalam usaha mengurangkan kehilangan haba melalui kaca tingkap, aerogel telah digunakan di mana ia diletakkan di antara dua kaca jendela. Sistem ini dapat menghasilkan penebat yang baik (Tewari, *et.al*, 1986). Di samping itu, keliangan dan luas permukaan yang tinggi turut mempengaruhi keberkesanan kebanyakan proses yang melibatkan penggunaan mangkin, penyerapan dan tindak balas kimia (Lawrence, 1998). Diantara kegunaan aerogel yang boleh dikomersialkan adalah sebagai mangkin, penebat haba, tingkap dan pengesan partikel yang masih dibangunkan.

Pada persidangan ISA pada tahun 1994, penggunaan aerogel yang baru telah ditemui iaitu sebagai superkapasitor, penebat untuk penyimpanan haba dalam industri automobil dan elektrod untuk penyahionan kapasitif (Lawrence, 1998). Banyak kegunaan aerogel melibatkan bidang saintifik dan kejuruteraan dalam mengkaji sifat-sifat fizik aerogel. Tambahan pula, pertambahan kegunaan aerogel yang boleh dikomersialkan turut melibatkan penggunaan saintifik dan teknikal (Gesser dan Goswami, 1989).

1.2 Aerogel

Aerogel adalah koheran, pepejal ringan yang berliang nano yang dihasilkan daripada gel koloid. Penghasilan aerogel dapat diringkaskan seperti Rajah 1.1 di bawah (Zarzycki, 1982),

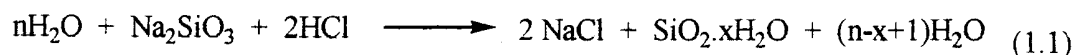


Rajah 1.1 : Skema penghasilan aerogel daripada gel koloid

Bahan awal bagi penghasilan aerogel bergantung kepada jenis aerogel yang hendak dihasilkan. Terdapat beberapa jenis aerogel iaitu aerogel silika, aerogel alumina, aerogel zirkonia, stannik atau tungsten oksida atau campuran daripada oksida tersebut. Dalam kajian ini jenis aerogel yang akan digunakan ialah aerogel silika. Aerogel silika mempunyai ketumpatan yang rendah, berstruktur monolitik dan kebanyakannya adalah lutsinar. Ia mempunyai luas permukaan yang tinggi, kekonduksian terma yang rendah dan ciri-ciri akustik yang menarik (Gesser dan Goswami, 1989).

1.3 Aerogel Silika

Aerogel silika merupakan pepejal silika yang mempunyai ruang-ruang udara yang banyak. Ia mempunyai luas permukaan dan keliangan yang tinggi serta berketumpatan rendah. Ketumpatan aerogel silika adalah serendah 0.01 g cm^{-3} . Ini memberikan isipadu aerogel silika terdiri daripada >99 % udara dan 1 % silika (Teichner, 1991). Secara keseluruhannya, penghasilan aerogel silika melibatkan dua langkah utama iaitu pembentukan gel basah dan pengeringan gel basah tersebut untuk menghasilkan aerogel. Terdapat beberapa jenis bahan awal untuk menghasilkan gel basah bagi aerogel silika. Salah satu daripadanya ialah gel basah yang dihasilkan daripada kondensasi natrium silikat (Na_2SiO_3) akueus. Kaedah ini telah disediakan oleh Kistler pada tahun 1930 secara tindak balas di antara kaca air (natrium silikat) dengan asid hidroklorik (Kistler, 1931) persamaan (1.1),



Akuagel yang terbentuk adalah sukar untuk dibebaskan daripada ion natrium dan ion klorida yang terbentuk bersama dengan pembentukan akuagel. Oleh itu garam yang terhasil perlu disingkirkan secara pencucian dan penurasan berulang kali. Akuagel dibiarkan untuk beberapa lama supaya gel menjadi keras dan tidak melepasi liang-liang penuras. Kemudian air di dalam akuagel digantikan dengan alkohol seperti etanol dan metanol. Ini dilakukan dengan mengekstrak akuagel dengan

alkohol dengan pengestrak jenis soxhlet. Akhirnya alkogel silika yang terbentuk dikeringkan dalam ketuhar pada suhu dan tekanan genting bagi alkohol tersebut. Ketumpatan bagi aerogel silika yang terbentuk mencapai 0.05 g cm^{-3} dan kandungan silika dalam aerogel yang dinyatakan dalam peratus isipadu adalah dianggarkan lebih kurang 5 % dengan 95 % daripada isipadu aerogel adalah udara. Luas permukaan isipadu silika yang diukur pada dalam tahun 1940 dengan kaedah penjerapan adalah lebih kurang $400 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Teichner, 1991). Kaedah Kistler ini boleh diringkaskan pada rajah 1.2 seperti berikut (Kistler, 1931),

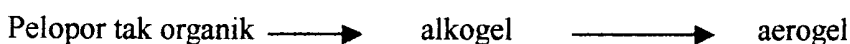


Rajah 1.2 : Skema penghasilan aerogel berdasarkan Kaedah Kistler

Sejak beberapa kurun kebelakangan ini, kimia sol gel semakin pesat membangun dan kebanyakan aerogel silika dihasilkan daripada silikon alkoksida. Kebiasaannya, silikon alkoksida yang digunakan ialah tetrametilorthosilikat (TMOS, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$) dan tetraetilorthosilikat (TEOS, $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$). Penggunaan alkoksida dapat mengelakkan daripada pembentukan garam yang tidak diinginkan sebagai hasil sampingan dan dapat mengawal hasil akhir yang dikehendaki secara lebih berkesan. Contoh tindak balas penghasilan silika gel daripada TEOS ditunjukkan dalam persamaan (1.2) (Iler, 1979),



Kaedah ini boleh diringkaskan seperti rajah 1.3 di bawah (Kistler, 1931),

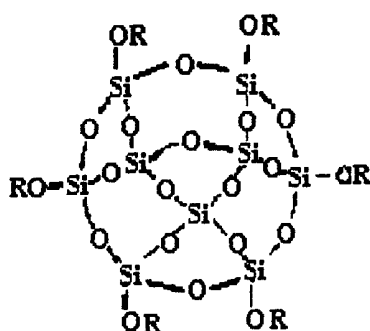


Rajah 1.3 : Skema penghasilan aerogel daripada silikon alkoksida

1.4 Aerogel Silika daripada Sekam Padi

Aerogel secara komersial boleh didapati dengan harga pasaran USD 5-10 per g (Conradt, *et al.*, 1992). Memandangkan keupayaan aerogel sebagai bahan termaju berasaskan silika sangat bernilai pada masa kini, banyak kajian telah dilakukan untuk menghasilkan aerogel silika dengan kos yang rendah. Malaysia mempunyai sumber silika yang banyak dalam bahan buangan sekam padi, maka kajian untuk menghasilkan aerogel daripada sekam padi telah dilakukan. Aerogel silika daripada sekam padi telah berjaya dihasilkan oleh Halimaton dan Chan (Chan, 2000).

Sumber silika daripada sekam padi dijadikan kaca air (natrium silikat) yang merupakan bahan awal atau pelopor dalam penghasilan aerogel mengikut kaedah Kistler. Ciri-ciri aerogel yang dihasilkan daripada sekam padi hampir sama dengan ciri-ciri aerogel yang dihasilkan daripada TEOS. Silika aerogel yang dihasilkan mempunyai fasa amorfus dan hidrofobik. Rajah 1.4 menunjukkan struktur hidrofobik bagi aerogel silika.



Rajah 1.4 : Struktur hidrofobik aerogel silika.

Aerogel silika juga mempunyai keliangan meso dengan luas permukaan sehingga $800 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ melebihi luas permukaan yang dihasilkan oleh aerogel komersial ($600 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$). Aerogel silika ini menunjukkan ciri-ciri terma yang baik dengan nilai konduktiviti terma serendah $0.099 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ berbanding $0.089 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ bagi aerogel TEOS (Chan, 2000). Kejayaan ini telah mendorong penyelidik untuk mengkaji kegunaan aerogel silika yang dihasilkan dan seterusnya mengkomersialkan aerogel sebagai salah satu bahan termaju pada masa kini.

1.5 Kegunaan Aerogel Silika

Aerogel mempunyai banyak penggunaannya yang berpotensi untuk dikomersialkan. Penggunaannya boleh dibahagikan kepada beberapa kategori (Lawrence, 1998).

1.5.1 Penebat Haba

Aerogel adalah bahan yang mempunyai konduktiviti terma yang rendah berbanding pepejal dan bahan berliang yang lain. Sifat inilah yang menjadikan aerogel sebagai penebat dalam industri pembinaan, pempaipaan dan pengangkutan (Rettelbach, 1995).

1.5.2 Sifat Optik

Aerogel digunakan untuk menyediakan kaca silika yang mempunyai ketulenan dan ketumpatan tinggi. Ia disinter pada suhu di bawah suhu takat lebur silika. Sifat lutcahaya aerogel menjadikan aerogel sesuai digunakan sebagai pengumpul solar. Aerogel yang lutsinar pula didapati sesuai digunakan dalam tingkap solar (Hrusbesh, 1995).

1.5.3 Angkasa Lepas

Satelit European Retrieval Carrier (EURECA) menggunakan aerogel di angkasa lepas untuk memerangkap habuk kosmik. Dalam projek NASA'S STARDUST aerogel akan digunakan untuk memerangkap habuk komet (Tsou, 1995).

1.5.4 Keliangan dan Luas Permukaan

Aerogel mempunyai keliangan yang tinggi (>85 %) dan luas permukaan yang besar ($> 400 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$). Oleh sebab itu, aerogel boleh digunakan sebagai penapis dan juga berpotensi digunakan sebagai penyokong kepada mangkin heterogen (Lawrence, 1998).

1.6 Permasalahan dalam Kajian

Lewat tahun 70an, penyelidik kaca mula mengkaji untuk menghasilkan kaca oksida pada suhu yang rendah. Kaca selalunya dihasilkan dengan mencampurkan pembentuk kaca seperti SiO_2 , P_2O_5 , B_2O_3 dan sebagainya dengan oksida seperti karbonat, nitrat, sulfat, oksida dan campuran bahan tersebut bagi menghasilkan cairan kaca. Proses mencairkan kaca memerlukan suhu lebur yang tinggi iaitu suhu di atas 1300-2000 °C.

Kaedah sol gel merupakan kaedah pembuatan kaca yang terbaru untuk menghasilkan kaca pada suhu yang rendah dan masih banyak penyelidikan yang dilakukan terhadapnya (Md. Rahim Sahar, 1998). Aerogel silika merupakan bahan yang dihasilkan melalui kaedah sol gel. Oleh itu aerogel dapat mengurangkan suhu peleburan silika oksida untuk menghasilkan kaca silika iaitu di antara suhu 1050-1150 °C berbanding silika oksida komersial iaitu 1300-1700 °C (Woignier dan Phalippou, 1990).

Para teknologis menjangkakan aerogel akan menjadi satu bahan yang popular dan dapat digunakan secara meluas dalam abad ini kerana bahan ini mempunyai sifat berkecuali dan berpotensi dalam pelbagai kegunaan. Daripada segi penggunaan optik aerogel dapat digunakan bagi menghasilkan kaca silika apabila dibakar pada suhu di bawah suhu peleburan silika. Negara barat telah pun menggunakan aerogel sebagai bahan utama dalam industri kaca.

Namun demikian kos yang diperlukan untuk menghasilkan kaca silika daripada aerogel adalah tinggi disebabkan kos penghasilan aerogel yang tinggi. Kejayaan menghasilkan aerogel daripada sekam padi dapat mengurangkan kos penghasilan aerogel dan secara tidak langsung kos penghasilan kaca daripada aerogel juga dapat dikurangkan. Kaca silika yang dihasilkan daripada aerogel mempunyai ketulen dan ketumpatan yang tinggi serta lutsinar (Woignier dan Phalippou, 1990).

Dari segi sifat terma, aerogel adalah penebat yang baik. Ini adalah berdasarkan sifat aerogel yang berliang dan mempunyai ruang udara yang banyak dapat menentang pengaliran udara atau gas yang menyebabkan hanya sedikit haba dipindahkan secara perolakan daripada satu bahagian ke bahagian yang lain. Laluan untuk haba mengalir melalui pepejal akan menjadi lama dan secara tidak langsung ia akan mengurangkan jumlah pengaliran haba yang dipindahkan. Maka kajian ini dilakukan untuk menyediakan kaca aerosilika daripada aerogel silika dimana kaca aerosilika yang terhasil dijangkakan mempunyai sifat penebat haba.

1.7 Objektif Kajian

Berdasarkan kepada sifat aerogel yang berpotensi dalam pelbagai kegunaan, maka kajian ini dijalankan adalah bertujuan untuk:

- i) Mensintesis kaca aerosilika ($\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}$) daripada aerogel silika yang dihasilkan daripada sekam padi,
- ii) Mengoptimumkan penghasilan kaca aerosilika, dan
- iii) Mencirikan kaca aerosilika yang dihasilkan.

1.8 Skop Kajian

Kajian yang dijalankan adalah tertumpu kepada penyediaan dan pencirian kaca aerosilika daripada aerogel silika. Aerogel silika yang digunakan dalam kajian ini dihasilkan daripada sekam padi dengan menggunakan silika sebagai sumber utama. Aerogel dicampurkan dengan kumpulan oksida lain iaitu natrium oksida (Na_2O) bagi membentuk kaca yang lebih baik. Campuran pada campuran komposisi tertentu telah digunakan bagi mendapatkan sifat kaca yang dikehendaki. Seterusnya pencirian dilakukan untuk menentukan sifat-sifat kaca aerosilika yang dihasilkan daripada aerogel silika dengan menggunakan beberapa teknik pencirian iaitu iaitu teknik pembelauan sinar-X (XRD) untuk menentukan fasa sampel sama ada pepejal hablur atau amorfus, analisis terma pembeza (DTA) untuk menentukan parameter terma sampel, analisis ketumpatan untuk menentukan ketumpatan sampel, analisis kekonduksian terma untuk menentukan kekonduksian terma sampel, analisis kekerasan Vickers untuk menentukan kekerasan sampel, mikroskop imbasan elektron (SEM) untuk melihat morfologi permukaan sampel, spektroskopi inframerah (IR) untuk menentukan struktur sampel, spektrofotometri imbasan UV-VIS-NIR untuk mengkaji sifat optik sampel dan spektroskopi resonans magnetik nukleus (RMN) untuk menentukan persekitaran terdekat atom silika dalam menentukan struktur kaca yang dihasilkan.

Sifat tersebut dapat dikaitkan dengan ikatan Si-O-Si yang lebih banyak dijumpai dalam kaca aerosilika dibandingkan dengan kaca silika piawai dan telah dibuktikan dengan spektroskopi inframerah dan ^{29}Si sudut putaran ajaib resonans magnetik nukleus. Walau bagaimanapun, liang udara yang terdapat dalam kaca aerosilika juga mempengaruhi sifat kekonduksian dan ketumpatan kaca aerosilika yang didapati lebih rendah daripada kaca silika piawai.⁴

Berdasarkan sifat fizik yang dipamerkan oleh kaca aerosilika, dapat disimpulkan bahawa aerogel daripada sekam padi merupakan bahan yang berpotensi untuk digunakan dalam pembuatan kaca penebat haba.

5.2 Cadangan

Untuk kajian yang akan datang, saya mencadangkan agar kajian mengenai aerogel silika tentang kegunaannya di dalam bidang yang lain, iaitu sebagai bahan optik yang berpotensi dan komersil, serta meningkatkan lagi kajian mengenai kaca aerosilika di dalam kepelbagaian pengguna.

Memperlihatkan dan mengkaji teknik penyediaan kaca aerosilika yang lain iaitu kaedah sol gel. Ini kerana penghasilan kaca adalah lebih homogen. Di samping menjalankan kajian mengenai ketahanan atau kekuatan kimia kaca aerosilika, iaitu pembuktian mengenai kaca aerosilika mempunyai ketahanan yang kukuh daripada agen kakisan, ini penting untuk meningkatkan potensi kaca aerosilika dalam penggunaannya.

Mencuba untuk mempertingkatkan teknik penghasilan kaca aerosilika dengan penambahan bahan campuran yang lain agar dapat terhasilnya campuran kaca biner, agar pencampuran bahan lain mampu meningkatkan ketahanan dan kekuatan kaca dari sifat fizik atau kimia. Bahan campuran yang dicadangkan ialah litium oksida (Li_2O), kalium oksida (K_2O) titanium oksida (TiO_2) dan germanium oksida (GeO_2).

RUJUKAN

- Asiah Husin (1996). "Konsep dan Prinsip Peralatan Analisis Terma Pembeza (DTA) dan Kalorimetri Peimbasan Pembeza (DSC)." Kursus Pendek Analisis Terma: Fakulti Sains, UTM, Johor Bahru. 14 - 15 Mei.
- Bertin, E.P. (1970). "Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis." New York : Plenum Press. 1-60.
- Buckley, A.M. dan Greenbalt, M. (1992). " A comparison of the microstructural properties of silica aerogel and xerogel", *Journal of Non-Crystalline Solids*, **143**, 1 –13.
- Calas, S. dan Sempere, R. (1998). " Textural Properties of Densified Aerogels." *Journal of Non Crystalline Solid*. **225**. 215-219.
- Chan, K.H. (2000). "Aerogel from Rice Hush Ash; Synthesis, Characterization and Surface Modification." Universiti Teknologi Malaysia: Tesis Sarjana Sains.
- Chescoe, D. dan Goodhew, P.J. (1990). "The operation of transmission and scanning electron microscopes." New York : Oxford University Press. 1-3.
- Conradt, R., Pimkhookham, P. dan Leck-Adison, U. (1992). "Nano-Structured Silica from Rice Hush." *Journal of Non Crystalline Solid*. **145**. 75-79.
- Cozac, D. dan Rogghe, H. (1985). "Method of reducing light *reflection from glass* surfaces." (U.S.Patent 4,505,781).

- Da-Ming Zhu, T. Kosugi (1996). "Thermal Conductivity of GeO_2 - SiO_2 and TiO_2 - SiO_2 Mixed Glasses." *Journal of Non Crystalline Solid*. **202**. 88-92
- Dickson, M. (2001), "Electron Beam Specimen Interaction." Johor Bahru : UTM. 1- 8.
- George. W. S., Sylvie, C. dan Robert, S. (1998). "Densification Kinetic and Structural Evolution During Sintering of Silica Aerogel." *Journal of Non Crystalline Solid*. **240**. 118-130.
- Gesser, H.D. dan Goswami, P.C. (1989). "Aerogels and Related Porous Materials." *Chem. Rev.* **89**. 765-788.
- Goldstein, J. dan Yakowitz. H. (1974). "Practical Scanning Electron Spectroscopy." New York : Plenum Press. 49-92.
- Hrubesh, L. W., dan Poco, J. F. (1995). "Thin Aerogel Films For Optical, Thermal, Acoustic and Electronic Applications." *Journal of Non-Crystalline Solids*. 188: 46-53
- Iler, R.K. (1979). "The Chemistry of Silica." New York: Wiley. 174.
- Kenji S., Hiroshi, Y., Masaru, Y. dan Kenji, T. (2001). "Process for Producing Aerogel." (U.S.Patent 6,197,270).
- Kistler, S.S. (1931). "Preparation and Characterization of Aerogel." *Nature*. **127**. 741-747.
- Kistler, S.S. (1932). "Coherent Expanded Aerogels." *J. Phys. Chem*, **36**. 52-64.
- Lawrence, W.H. (1998). "Aerogel Applications." *Journal of Non Crystalline Solid*. **225**. 335-342.

- Lee, R. E. (1993). "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis." New York : Plenum Press. 49-92.
- Md. Rahim Sahar. (1993). "Pengenalan Kaji Logam Sinar-x." Kuala Lumpur : Dewan Bahasa dan Pustaka. 4-21.
- Md. Rahim Sahar. (1998). "Sains Kaca." Johor Bahru: Universiti Teknologi Malaysia. 1-97.
- Mustafa Abdullah (1991). "Sains Bahan." Jilid 1. Kuala Lumpur : Dewan Bahasa dan Pustaka. 25 – 51.
- Nazri Kamsah (1988). "Development of an Apparatus for the Measurement of Thermal Conductivity of Building Materials." Universiti Teknologi Malaysia: Tesis Sarjana.
- Norly Mohd. Isa (2000). "Kesan Perubahan Komposisi Kaca Terhadap Sifat-Sifat dan Kestabilan Kaca Fosforus Berasaskan Sistem Ternary P_2O_5 - CdO - Sb_2O_3 ." Universiti Teknologi Malaysia : Tesis Sarjana Muda.
- Olivier L., Yuan, L., Cormack, A.N. dan Jager, C. (2001). "Combined ^{29}Si Double Quantum NMR and MD Simulation Studies of Network Connectivities of Binary Na_2O , SiO_2 Glasses: New Prospects and Problems." *Journal of Non Crystalline Solid*. **293-295**. 53-66.
- Pajonk, G.M. (1994). "A Short History of the Preparation of Aerogels and Carbogels: Sol Gel Processing and Applications." New York: Plenum Press.
- Ramli Hitam. (1996). "Teknik Spektroskopi Inframerah." Johor Bahru : UTM. 1 – 6.
- Rao V.A., Haranath, D., Pajonk, G.M. dan Wagh, P.B. (2001). " Effect of Precursors, Methylation Agents and Solvent on the Physicochemical Properties of Silica Aerogels Prepared by Atmospheric Pressure Drying Method." *Journal of Non Crystalline Solid*. **296**. 165-171.

- Rawson, H. (1980). "Properties and Applications of Glass." New York : Elsivier/
North-Holland Inc. 68 - 76
- Rawson, H. (1982). "On the Preparation and Composition of the Glass Function."
New York : Elsivier Scientific Publishing. 32-35.
- Rettelbach, T., Sauberlich, J., Korder, S. dan Fricke, J. (1995) "Thermal
Conductivity of Silica Aerogel Powders At Temperatures From 10 to 275 K."
Journal of Non-Crystalline Solids 186: 278-284.
- Robert A. C. (1988) "The Infrared and Raman Spectra of Glasses." N. P, Alfred :
College of Ceramic, Alfred University. 45 – 61.
- Rose Aini Kamarudin dan Farediah Ahmad (1992). "Pengenalan Spektroskopi."
Johor Bahru : UTM. 13-79.
- Sanjayan, K.V. (1985). "Determination of Thermal and Physical Properties of
Insulating Materials." Universiti Teknologi Malaysia : Tesis Sarjana Muda.
- Schmidt, M. dan Schwertfeger, F. (1998). "Applications for Silica Aerogel
Products." *Journal of Non Crystalline Solid*. **225**. 364-368.
- Schwertfeger, F. dan Zimmermann, A. (2002) "Process for preparation of
hydrophilic or partially hydrophilic inorganic aerogels." (U.S.Patent
6,365,638).
- Sherief M. Abo-Naf. (2002). "Characterization of Some Glasses in the System SiO_2 ,
 Na_2O . RO by Infrared Spectroscopy." *Materials Chemistry and Physics*.
9495. 1-7.
- Snavey, C. J., Lewin, I., dan Small, E. A. (1979). "Lighting fixtures and glass
enclosure having high angle anti-reflection coating." (U.S.Patent 4,173,77).

- Sombatsompop, N. dan Woud, A. K. (1997). "Measurement of Thermal Conductivity of Polymers Using an Improved Lee's Disc Apparatus." *Polymer Testing*. **16**. 203-223.
- Szaniavska K., Murawski, L., Pastuszak, P., Walewski, M. dan Fantozzi, G. (2001). "Nitridation and Densification of SiO₂ Aerogels." *Journal of Non Crystalline Solid*. **286**. 58-63.
- Teichner, S.J. (1991). "Aerogel: Why They are in Vogue." *Chemtech*. 372-377.
- Tewari, P.H. dan Hunt, A.J. (1986). "Process for Foaming Transparent Aerogel Insulating Arrays." (U.S.Patent 4,610,863).
- Tsou, P. (1995). "Silica aerogel capture cosmic dust intact." *Journal of Non-Crystalline Solids*. **186**, 415-427
- Watt, I. M. (1985). "The Principles and Practices of Electron Microscopy." Cambridge : Cambridge University Press. 41-68.
- Woignier, T. dan Phalippou, J. (1990). "Glasses from Aerogels." *Journal of Materials Science*. **25**. 3118-3126.
- Yuen, K. M. (2000). "Aerogel daripada Sekam Padi." Universiti Teknologi Malaysia : Tesis Sarjana Muda Sains.
- Zarinah Ahmad (1998). "Kaca Borat Berwarna dan Sifat-Sifatnya." Universiti Teknologi Malaysia : Tesis Sarjana Muda Sains.
- Zarzycki, J. Prassas, M. dan Phalippou, J. (1982). "Synthesis of Glasses from Gels : The Problem of Monolithic Gels." *Journal of Materials Science*. **17**. 3371-3379.

LAMPIRAN 1

Sampel	w (g)	w' (g)	Ketumpatan (g cm ⁻³)
S50N50(S)	0.9828	0.6517	2.5667
A5N95	3.1342	2.0520	2.5043
A10N90	2.5147	1.6459	2.5028
A20N80	1.6705	1.0785	2.3906
A35N65	0.2158	0.1415	2.5259
A55N45	0.8976	0.5845	2.5323

Ketumpatan larutan toluena, ρ_o : 0.8647 g cm⁻³

Formula ketumpatan : $\rho_s = \frac{w}{w - w'} \rho_o$

yang mana, ρ_s = ketumpatan sampel

ρ_o = ketumpatan larutan toluena

w = berat sampel dalam udara

w' = berat sampel dalam larutan toluena